

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-174421

(43)Date of publication of application : 29.06.2001

(51)Int.Cl.

G01N 23/225

H01L 21/302

H01L 21/66

(21)Application number : 11-357438

(71)Applicant : UNIV TOKYO

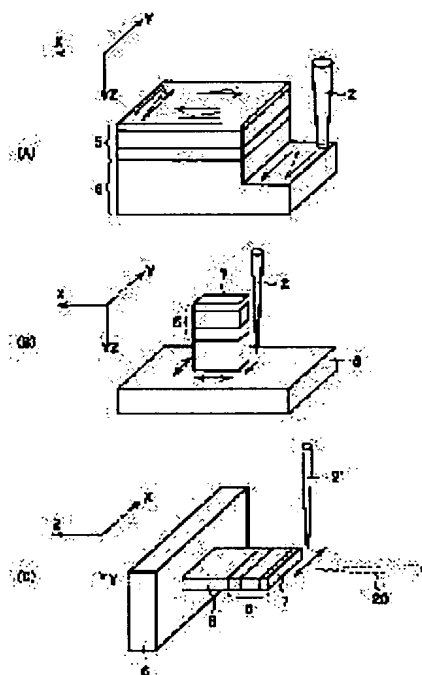
(22)Date of filing : 16.12.1999

(72)Inventor : NIHEI YOSHIMASA

OWARI MASANORI

TOMIYASU BUNBUNOSHIN

## (54) METHOD AND APPARATUS FOR ANALYZING ELEMENT DISTRIBUTION IN DEPTH DIRECTION USING PRECISE CROSS-SECTIONAL PROCESSING CONVERGED ION BEAM



## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To solve such a problem that there is the point at issue such that the depth direction resolving power lowers in dependence on analyzing depth in a conventional depth direction analyzing method and, since a sputtering yield is changed when an uneven surface or a fine particle surface is set as an analytical object, accurate depth direction analysis is difficult and the depth direction resolving power lowers by the effect of knock-on mixing or sputtering re-adhesion and, since an extremely wide analyzing region of about several hundred  $\mu\text{m}^2$  is required at the lowest in analysis, it is difficult to use the conventional depth direction analyzing method as an element distribution analyzing method in an extremely fine region.

**SOLUTION:** The method for analyzing the depth direction element distribution of a sample consists of a process subjecting the surface

of a sample to precise cross-sectional processing by converged ion beam 2', a process for measuring fine particles 3 generated from the cross section 17 obtained by the precise cross-sectional processing and a process for processing the measured value as a function of the depth direction scanning position of the converged ion beam.

**\* \* NOTICES \***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

**CLAIMS**

[Claim(s)]

[Claim 1]A method characterized by comprising the following of conducting a depth direction element distributive analysis of a sample.

A process of carrying out precision cross section processing of the sample by a converged ion beam (2').

A process of measuring particles (3) generated from a section (17) obtained by said precision cross section processing, and a process of processing a value obtained by said measurement as functions of a depth direction scanning position of said converged ion beam.

[Claim 2]A method characterized by comprising the following of conducting a depth direction element distributive analysis of a sample.

A process of forming a flake (7) which has a side section (8) by starting said sample to a depth direction.

A process of irradiating a side section of said flake with a converged ion beam (2'), and performing precision cross section processing by this converged ion beam.

A process of measuring particles generated from a section (17) obtained by precision cross section processing of said flake.

A process of processing a result of this measurement as a function of a depth direction scanning position of said converged ion beam.

[Claim 3]A method comprising according to claim 2:

A rough cut processing process of a process of cutting down said flake (7) carrying out the raster scan of the 1st ion beam on the surface of this sample, and forming said flake by ion beam etching.

A precision cutting work process which carries out a surface treatment of this side section by performing a shave-off scan of the 2nd ion beam along a side section of said flake.

[Claim 4]How to conduct a depth direction element distributive analysis, wherein it is the method according to claim 3 and beam current and a beam diameter of said 2nd ion beam are below beam current of said 1st ion beam, and a beam diameter.

[Claim 5]Are the method of any one statement of claim 1 thru/or claim 4, and a velocity component ( $v_z$ ) of a depth direction of a converged ion beam scan at the time of said precision cross section processing, How to conduct a depth direction element distributive analysis characterized by being 1/1000 or less to a velocity component ( $v_x$ ) of the sample width direction of this converged ion beam scan.

[Claim 6]How to conduct a depth direction element distributive analysis, wherein it is the method of any one

statement of claim 2 thru/or claim 4 and a cross-section area ( $L_x$ - $L_y$ ) of said sample is below 1-micrometer<sup>2</sup>.

[Claim 7]How to conduct a depth direction element distributive analysis, wherein it is the method of any one statement of claim 1 thru/or claim 4, and a beam diameter (d) of said converged ion beam is 10 nm or less and beam current ( $I_p$ ) of said converged ion beam is 1 or more pA.

[Claim 8]When it is the method of any one statement of claim 1 thru/or claim 4 and this sample has at least one layer, How to conduct a depth direction element distributive analysis, wherein a sliding direction ( $X_p$ ) of said converged ion beam (2') scan is set up it be in agreement with the 1st direction ( $X_L$ ) that an interface of said layer makes.

[Claim 9]When it is the method of any one statement of claim 1 thru/or claim 4 and this sample has at least one layer, By being set up so that the direction of a beam axis ( $Y_p$ ) of said converged ion beam (2') may serve as a negative value to the 2nd direction ( $Y_L$ ) that an interface of said layer makes, How to conduct a depth direction element distributive analysis making small an angle of a normal of a section and a normal of this interface which were obtained by precision cross section processing to make.

[Claim 10]An ion source (9).

A primary ion optical system (10) which adjoins this ion source, is established, converges ion from this ion source, forms a converged ion beam (2'), turns this converged ion beam to a sample, and irradiates with it. A sample stage (11) which adjoins this primary ion optical system, is provided, and holds this sample, A sample stage moving mechanism (12) which controls irradiation angles to a sample of this converged ion beam, A particle transportation optical system (13) which collects particles generated from a section which was adjoined and established in this sample stage and was continuously obtained by precision cross section processing by this converged ion beam, An analysis apparatus (14) which measures this particle in response to particles which adjoined this particle transportation optical system (13), were provided, and were collected by this particle transportation optical system (13), and an ion-beam-scanning means to make a surface top of a sample scan this converged ion beam.

It is the depth direction element distributive-analysis device provided with the above, and said ion-beam-scanning means performs a converged ion beam scan that a velocity component ( $v_z$ ) of a depth direction of a scan is 1/1000 or less to a velocity component ( $v_x$ ) of the sample width direction of this scan.

[Claim 11]A depth direction element distributive-analysis device, wherein it is the device according to claim 10, and said particle is a secondary ion and said analysis apparatus is a mass spectroscope.

[Claim 12]A depth direction element distributive-analysis device, wherein it is the device according to claim 10, and said particle is an Auger electron and said analysis apparatus is an electronic-spectroscopic-analysis device.

[Claim 13]A depth direction element distributive-analysis device, wherein it is the device according to claim 10, this device possesses further a probe generator (19) which irradiates with a probe (20) to said section and said analysis apparatus measures particles generated by exposure of this probe from this section.

[Claim 14]A depth direction element distributive-analysis device, wherein it is the device according to claim 13, and said probe is an electron beam, said particle is an Auger electron, a reflection electron, or a secondary electron and said analysis apparatus is an electronic-spectroscopic-analysis device.

[Claim 15]A depth direction element distributive-analysis device, wherein it is the device according to claim

13, and said probe is an X-ray beam, said particle is a photoelectron and said analysis apparatus is an electronic-spectroscopic-analysis device.

[Claim 16] It is the device according to claim 13, and said probe is an ion beam, A depth direction element distributive-analysis device, wherein said particle is an Auger electron, a secondary electron, a scattered ion, or a secondary ion and said analysis apparatus are either an electronic-spectroscopic-analysis device, a dispersion ion energy analysis apparatus and a mass spectroscope.

## DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the method of enabling exact depth direction distribution measurement of the trace element for the solid surface and the inside of a solid of all shape, and its device.

[0002]

[Description of the Prior Art] The outline of the depth direction element distribution instrumentation method by the secondary-ion-mass-spectroscopy (SIMS) method in the conventional solid surface is shown in drawing 1. That is, a sample (1) is irradiated with an ion beam (2) by a raster scan, and depth direction element distribution of the sample which is an analysis object is measured and analyzed by measuring the secondary ion (3) etc. by which it is generated from a specimen surface by a secondary-ion-mass-spectroscopy system. As a typical conventional method of such a depth direction element distribution instrumentation method, the SIMS method, a weld slag Auger-electron-spectroscopy (AES) method, a weld slag X-ray-photoelectron-spectroscopy (XPS) method, etc. are mentioned.

[0003] In a conventional method, the current density of the ion beam used for weld slag, the atomic density on the surface of weld slag, and weld slag yield are defined, and etched depth is defined. Thus, the various detecting-signal intensity change as a function of the defined etched depth is obtained, and depth direction element distribution measurement in a solid surface is performed.

[0004] It depends on the solid surface granularity accompanying ion beam irradiation for the depth direction resolution in this case (shortest distance of the depth direction which can be identified with the analytical method concerned) greatly. Namely, as shown in drawing 2 (A), when very small heights (4) existed in the analysis table side at the beginning, and an ion beam repeats these heights by a raster scan and carries out weld slag. With an ion incident angle dependency, like drawing 2 (B), heights come to project further and, for this reason, specimen surface granularity becomes large. And element distribution of these heights will not be reflected in a measurement result, therefore depth direction resolution will fall as specimen surface granularity becomes large. That is, in the conventional depth direction analysis method, in order to realize higher depth direction resolution, it is required that the analysis object surface should always be kept smooth.

[0005] These days, adoption of an oblique incidence ion beam, low energy-ization of the ion beam, etc. are performed from the purpose of lessening specimen surface rough \*\* accompanying ion beam irradiation as much as possible. As a result, in depth direction analysis in a very shallow field, high sensitivity element distribution analysis in depth direction resolution of about 3 nm is being realized from the surface.

[0006]However, the fault that the solid surface granularity in this conventional depth direction analysis method increases as the analysis depth becomes deep is not still solved. Therefore, according to the conventional method, depth direction resolution has the problem of falling depending on the analysis depth. When making into an analysis object the surface which is irregular beforehand, the particle surface, etc., since the weld slag yield of an analysis table side changes with the influences of a size effect, the problem of being difficult also has exact depth direction analysis. Simultaneously, since an analysis table side is directly irradiated with ion, the problem that depth direction resolution falls under the influence of knock-on mixing, weld slag reattachment, etc. is also left behind. Since the very large analytical region about hundreds of micrometer<sup>2</sup> was needed for analysis at the lowest, there was inconvenience in using as an element distribution analysis method in a microscopic small region.

[0007]If the semiconductor technology field in recent years is observed, accelerating minuteness making and high integration of a semiconductor device are being realized. Micrifying and low concentration-ization of the impurity mixed into material like high cleanliness steel also in the material development field are promoted powerfully, and micrifying and advanced features of a powder material which is further represented by the inorganic microcapsule etc. are performed. For development, evaluation, and analysis of the various above materials, development of an applicable depth direction analysis method becomes indispensable to the infinitesimal area of the solid surface of all shape.

[0008]

[Means for Solving the Problem]That the above problems should be solved, to an infinitesimal area of a solid surface of all shape, this artificer is an applicable depth direction analysis method, and invented "a depth direction element distributive-analysis method using precision cross section processing by a converged ion beam and its device" which have the feature that it enumerates below.

[0009]\*\*. In a realization \*\* knock-on mixing row of a depth direction analysis method which realization \*\* depth direction resolution of a high sensitivity depth direction analysis method in very high depth direction resolution of about several nanometers can apply to the surface with realization \*\* unevenness of a depth direction analysis method independent of the analysis depth, the particle surface, etc. Composition of this invention for attaining realization of a depth direction analysis method which can do a microscopic small region about [ of having suppressed influence of weld slag reattachment etc. as much as possible ] several realization \*\* micrometer<sup>2</sup> of a depth direction analysis method with the analysis object surface, next the above purposes is explained.

[0010]A process of carrying out precision cross section processing of the sample by a converged ion beam (2') according to the mode of operation of the 1st of this invention, A method of conducting a depth direction element distributive analysis possessing a process of measuring particles generated from a section obtained by said precision cross section processing, and a process of processing a value obtained by said measurement as functions of a depth direction scanning position of said converged ion beam of a sample is provided. Here, a converged ion beam scan method at the time of precision cross section processing is defined as a high precision shave-off scan. A scan method which performs a Z direction scan at a very late speed (1/10,000 or less [ Preferably ]) to the direction scan speed of X of a converged ion beam is said to a minute area of a grade in which a high precision shave-off scan contains an analysis object thoroughly. The direction of X means the cross direction of a sample as shown in drawing 3 (A) thru/or

drawing 3 (C), and a Z direction means a depth direction of a sample as shown in drawing 3 (A) thru/or drawing 3 (C).

[0011]In all the solid surfaces which include a concavo-convex intense solid surface and the particle surface according to the mode of operation of the 2nd of this invention, By being the method of performing a depth direction element distributive analysis possible [ application ] and effective to a depth direction to a sample which has concentration distribution or at least one layer (5), and starting said sample to a depth direction, A process of irradiating with a converged ion beam (2') a process of forming a flake (7) which has a side section (8), and a side section of said flake, and performing precision cross section processing by this converged ion beam, How to conduct a depth direction element distributive analysis possessing a process of measuring particles generated from a section (17) obtained by precision cross section processing of said flake, and a process of processing a result of this measurement as functions of a depth direction scanning position of said converged ion beam. It \*\*\*\*\*.

[0012]In a mode of the 2nd operation, a process of cutting down said flake (7), A rough cut processing process of carrying out the raster scan of the 1st ion beam, and forming said flake by ion beam etching on the surface of this sample, By performing a shave-off scan of the 2nd ion beam along a side section of said flake, a precision cutting work process which carries out a surface treatment of this side section may be included. It is said high precision shave-off scan and the same scan, and a scan method which performs a Z direction scan at a late speed (1/10 or less [ for example, ]) to the direction scan speed of X is called shave-off scan. Beam current and a beam diameter of said 2nd ion beam may be set up beam current of said 1st ion beam and below a beam diameter become, for example, may be a converged ion beam.

[0013]In a mode of the 1st and the 2nd operation, a converged ion beam scan at the time of said precision cross section processing, That is, it is good also as 1/1000 or less speed to velocity component  $v_x$  of the sample width direction of this high precision shave-off scan in velocity component  $v_z$  of a depth direction of a high precision shave-off scan. It may be made for cross-section area ( $L_x-L_y$ ) of said sample to form a flake so that it may become below 1-micrometer<sup>2</sup>. The convergence characteristic of a converged ion beam is good to make it high, for example, a beam diameter is 10 nm or less, and, as for beam current, it is preferred to use a converged ion beam which is 1 or more pA. It is preferred that precise mechanical position doubling of the direction of X of a scan of a converged ion beam and the direction of sample X is performed, For example, sliding direction  $X_p$  of a converged ion beam (2') scan at the time of said precision cross section processing may be set up it be in agreement with 1st direction  $X_L$  (sample flake cross direction) that an interface of at least one layer contained in a sample makes. It is preferred that precise mechanical position doubling of the direction of Y (incidence or beam axis) of a converged ion beam and the direction of sample Y is performed, For example, by being set up so that direction of beam axis  $Y_p$  of said converged ion beam (2') may become a negative value to 2nd direction  $Y_L$  (sample flake height direction) that an interface of at least one layer contained in a sample makes, Adjustment may be performed so that an angle of a normal of a section and a normal of this interface which were obtained by precision cross section processing to make may be made small.

[0014]According to the mode of operation of the 3rd of this invention, adjoin an ion source (9) and this ion source, and it is provided, A primary ion optical system (10) which converges ion from this ion source, forms a converged ion beam (2'), turns this converged ion beam to a sample, and irradiates with it, A sample stage

(11) which adjoins this primary ion optical system, is provided, and holds this sample, A sample stage moving mechanism (12) which controls irradiation angles to a sample of this converged ion beam, A particle transportation optical system (13) which collects particles generated from a section which was adjoined and established in this sample stage and was continuously obtained by precision cross section processing by this converged ion beam, An analysis apparatus (14) which measures this particle in response to particles which adjoined this particle transportation optical system (13), were provided, and were collected by this particle transportation optical system (13), Are an ion-beam-scanning means to make a surface top of a sample scan this converged ion beam a depth direction element distributive-analysis device to provide, and said ion-beam-scanning means, . A velocity component ( $v_z$ ) of a depth direction of a scan performs a converged ion beam scan to a velocity component ( $v_x$ ) of the sample width direction of this scan that it is 1/1000 or less. A depth direction element distributive-analysis device characterized by things is provided. In the device concerned, particles used as a measuring object may be secondary ions, and a mass spectroscope is used for said analysis apparatus in that case. Particles used as a measuring object may be an Auger electron or a photoelectron, and said analysis apparatus should just use an electronic-spectroscopic-analysis device in that case.

[0015]another operative condition of this invention -- as long as it depends like, a depth direction element distributive-analysis device may possess further a probe generator (19) which irradiates with a probe (20) to said section, and said analysis apparatus may be constituted so that particles generated by exposure of this probe from this section may be measured. These probes are an electron beam, an X-ray beam, an ion beam, etc., for example, and when an electron beam is used, it is generated by an Auger electron, a reflection electron, secondary electron, etc. from a section continuously obtained by precision cross section processing, and they may measure these using an electronic-spectroscopic-analysis device. When an X-ray beam is used, a photoelectron etc. occur from a section continuously obtained by precision cross section processing, and these may be measured using an electronic-spectroscopic-analysis device. When an ion beam is used, it is generated by an Auger electron, a secondary electron, a scattered ion, secondary ion, etc. from a section continuously obtained by precision cross section processing, and these may be measured using an electronic-spectroscopic-analysis device, a dispersion ion energy analysis apparatus, or a mass spectroscope.

[0016]This invention can apply a converged ion beam processing function and an ultimate analysis function to a measuring device which it has simultaneously. An example of a product applicable to below is shown.

[0017]SIMS device : Secondary-ion-mass-spectroscopy device TRIFT series / Model6000 series (made by ULVAC phi incorporated company), IMS-6 female-mold secondary ion mass spectrometer (made by jar KAINSU vine face incorporated company), and secondary-ion-mass-spectroscopy device SIMS4500 (made by Seiko Instruments, Inc.) etc. Scanning ion-microscope device: Scanning ion microscope JIB-2300 (made by JEOL Co., Ltd.), highly efficient scanning ion microscope SMI9200/9800 (made by Seiko Instruments, Inc.), focused-ion-beam-working viewing device FB-2000A (Made by Hitachi), etc.

[0018]

[Embodiment of the Invention]Below, an embodiment of the invention is described, referring to drawings.

[0019]The process of enforcing "depth direction analytical method using precision cutting processing by a converged ion beam" concerning this invention is shown in drawing 3 (C) from drawing 3 (A). Although the

sample which has the multilayered film (5) formed on the substratum (6) in this embodiment is made into the analysis object, the analysis object can also analyze the minimum particles which it was not restricted to a multilayered film, for example, had the periphery coated with a certain kind of thin film according to this invention. The XYZ axis for explaining a converged ion beam (henceforth "FIB") scanning direction is appended to drawing 3 (C) from drawing 3 (A). That is, arbitrary one way included in the field where an X axial direction is parallel to a specimen surface, and Y shaft orientations are included in a field parallel to a specimen surface, and it is a normal line direction of the flat surface where a right-angled direction and Z shaft orientations include this XY axis to an X axial direction.

[0020]As shown in introduction and drawing 3 (A), it is a converged ion beam (2) (with a converged ion beam, it is defined as "the ion beam which made the beam diameter minute by the method of some kind, and raised ion current density".) about the multilayered film (5) surface which it is going to analyze. For example, although it is Ga-FIB and this embodiment is described below as a thing using Ga-FIB as a typical example of a converged ion beam, The converged ion beam which can be used for this invention is not restricted to this, but may use the converged ion beam which consists of other reactive ions according to the construction material of the sample. It deletes off by a raster scan, Rough cut processing of a multilayered film sample is performed so that the flake (only henceforth "a flake (7)") of the rectangular parallelepiped which stands up on a substratum (6) and containing a multilayered film (5) may be formed.

[0021]Next, as shown in drawing 3 (B), the shave-off scan of fully completed Ga-FIB (2') performs precision cutting processing of the side section of a flake (7) to each side of a flake (7) including the multilayered film interface formed of the sample rough cut processing process. Thereby, the granularity of a side face surface is reduced, and the atom etc. which dispersed by the weld slag of the ion beam at the time of a sample rough cut processing process, and adhered can be removed, and analysis accuracy can be raised further.

[0022]Subsequently, as shown in drawing 3 (C), this sample is rotated so that a converged ion beam (2') may be equivalent to any first page of the side section of a flake (7) about the sample after precision cutting processing (for example, XZ flat surface 90 degrees). Precision cross section processing of this sample is performed by performing a high precision shave-off scan about the rotated this sample to the field (8) which irradiates with this converged ion beam (2'), A section (henceforth a "shave-off section") is formed continuously, the secondary ion etc. by which it is generated from this shave-off section are measured, and depth direction analysis is conducted. As opposed to the minute area of the grade which a high precision shave-off scan is the beam scan method which artificers developed uniquely here, and contains an analysis object thoroughly, It is performing a Z direction scan at a very late speed (1/10,000 or less [ Preferably ]) to the direction scan speed of X of a converged ion beam. Under the present circumstances, in [ an analysis object slack flake (7) is thoroughly shaved off by ion weld slag by one field scan, therefore ] operation of this invention, As for the ion current density thru/or accelerating voltage of a converged ion beam, it is preferred to be suitably adjusted according to a high precision shave-off scan speed.

[0023]With high precision shave-off analysis, performing a high precision shave-off scan to an analysis object. By mass spectrograph's etc. detecting the secondary ion etc. by which it was generated from the shave-off section, and recording the intensity of a secondary ion etc. as a function of a Z direction scanning position, The analytical method which obtains the curve (high precision shave-off profile) proportional to the atomic number in a shave-off section (for example, the field of the flake (7) crowning in which weld slag is



carried out by the converged ion beam (2'), and which is formed of it is said), etc. shall be pointed out.

[0024]An Auger electron or a photoelectron may be observed instead of a secondary ion, and what is necessary is just to use an electron spectroscopy device instead of mass spectrograph in that case in this analytical method. In order according to this analysis method to hold uniformly the incidence angle over the shave-off section of a converged ion beam (2') and to carry out the weld slag of the whole analysis object by one field scan, The depth direction analysis which could eliminate the influence of a size effect and the influence of the weld slag reattachment and knock-on mixing, and maintained the fixed-quantity nature of chemical composition to the solid surface of any shape is attained. Since the shape of a shave-off section is similar in any depth, it has the advantage that depth direction resolution (the shortest distance of an identifiable depth direction is said with this analytical method) is not dependent on the analysis depth.

[0025]According to the modification of this embodiment, separately from the converged ion beam (2') used for precision cross section processing, a shave-off section is irradiated with a probe (20), the particles generated by the exposure of this probe are measured, and depth direction analysis is conducted. As this probe, an electron beam, an X-ray beam, and an ion beam may be used, and depth direction analysis may be conducted by measuring an Auger electron, a reflection electron, a secondary electron, a photoelectron, a scattered ion, a secondary ion, etc. which are generated by these.

[0026]From composition and an operation of above-mentioned this invention, the depth direction analysis method applicable to the item of the following mentioned to the purpose of the invention is realizable.

[0027]\*\* Depth direction analysis method realization-\*\* which suppressed the influence of realization \*\* knock-on mixing of a depth direction analysis method, the weld slag reattachment, etc. which depth direction resolution can apply to the surface with realization \*\* unevenness of the depth direction analysis method independent of the analysis depth, the particle surface, etc. as much as possible. The device for enforcing realization of the depth direction analysis method which can do the microscopic small region about several micrometer<sup>2</sup> with the analysis object surface, next depth direction analytical method concerning this invention is explained referring to drawing 4.

[0028]When ion is first generated from an ion source (9), in drawing 4 this ion, For example, it is converged and accelerated by the primary ion optical system (10) which comprises a condensing lens, an object lens, a scanning electrode, etc., and an ion beam (2) or a converged ion beam (2') (henceforth "an ion beam (2) etc.") is formed. This ion beam (2) with a scanning electrode by or ion-beam-scanning means (not shown), such as a mechanical drive formed in the ion source. To perform the raster scan at the time of said rough cut processing, the shave-off scan at the time of precision cutting processing, and the high precision shave-off scan at the time of precision cross section processing, it is controlled so that a scan is possible.

[0029]The ion beam (2) which it accelerated and converged according to said primary ion optical system (10) is irradiated by the sample currently held in the sample stage (11). This sample stage (11) is provided with the sample stage leaning device (12) for rotating this sample so that a converged ion beam (2') may be equivalent to any first page of the side section of said flake (7). This sample stage may be provided with the movable mechanism (not shown) which makes this sample slidable free in an XY direction (at the time [ At the time of said rough cut processing ] of precision cutting processing), and the XZ direction (at the time of said precision cross section processing) to the fixed converged ion beam.

[0030]If this converged ion beam (2') is irradiated by the sample in the case of precision cross section

processing, particles (3), such as a secondary ion, will occur from the shave-off section of this sample. Particles (3), such as a this secondary ion by which it was generated, are collected by the particle transportation optical system (13) which comprises a convergent lens, a stem correction electrode, etc., for example, and are conveyed to an analysis apparatus (14). In the processing unit which is not illustrated, the data measured by the analysis apparatus (14) is processed as a function of a depth direction (Z direction), and a user etc. are provided with a processing result by the output display unit which is not illustrated. In the case where an analysis apparatus (14) uses a measuring object as a secondary ion, It is preferred for what is necessary to be just to use mass spectrograph, and to use the multichannel detector (multichannel detector) which can detect two or more elements simultaneously in this case, when conducting depth direction analysis of the sample which consists of two or more elements, such as a laminated thin film. What is necessary is just to use electron spectrometer as an analysis apparatus (14) instead of mass spectrograph, when measuring an Auger electron or a photoelectron instead of a secondary ion and conducting depth direction analysis.

[0031]The probe generator (19) for irradiating a shave-off section (17) with a probe (20) with a device separate from the converged ion beam (2') which performs precision cross section processing for enforcing depth direction analytical method concerning the modification of this embodiment is provided further. With the probe (20) irradiated from this probe generator (19), the particles generated from a shave-off section are measured, and depth direction analysis is conducted. As this probe, an electron beam, an X-ray beam, and an ion beam may be used, and an Auger electron, a reflection electron, a secondary electron, a photoelectron, a scattered ion, a secondary ion, etc. which are generated by these are measured. In the case of this modification, according to the kind of particles generated, an electronic-spectroscopic-analysis device, a dispersion ion energy analysis apparatus, or a mass spectroscope may be used as an analysis apparatus (14).

[0032][Evaluation of the effect of this invention] Simulation computation and an experiment were conducted about evaluation of the effect of this invention, observing depth direction resolution. The various parameters used for the simulation are indicated to be a simulation computation model of depth direction analysis to a multilayered film sample to drawing 5. Drawing 5 is a mimetic diagram showing the state where depth direction analysis by a high precision shave-off analysis method is conducted, to the flake (7) which is equivalent to the partial enlarged drawing of drawing 3 (C), and includes an analyzing multilayered film interface after precision cutting processing by Ga-FIB. As for a flake (7), laminating formation of the 2nd layer (16) is carried out on a substratum (6) (in drawing 5, it is right-hand side), Laminating formation of the 1st [ further ] layer (15) is carried out on the 2nd layer (16), and there is a shave-off section (17) in which a part of 1st layer (15) was flown [ it deleted it and ] and formed of sputtering of the converged ion beam (2') in the end of the 1st layer (15).

[0033]Width  $L_x$  (micrometer) and the direction length of Y of a flake (7) are made into height  $L_y$  (micrometer) for the direction length of X of a flake (7). The X axial direction of the interface between the 1st layer and the 2nd layer and Y shaft orientations are made into  $X_L$  and  $Y_L$ , respectively, and the normal line direction of this interface is made into  $Z_L$ . Density of the layer to be analyzed was set to  $\rho$  (g/cm<sup>3</sup>), and the molecular weight was set to M. About a converged ion beam (2'). d (micrometer) and the direction of a beam axis for  $I_p$  (pA) and a beam diameter  $Y_p$ , [ the beam current ] The move direction of the X axial direction at the time of

the high precision shave-off scan of a beam  $X_p$ . The move direction of the Z shaft orientations is made into  $Z_p$ , and the beam scan speed of the  $v_z$  (nm/s) and  $X_p$  direction is made into  $v_x$  (micrometer/s) for the beam scan speed of the  $Z_p$  direction at the time of the high precision shave-off scan of a beam. Detection unit time, such as a secondary ion which generated the weld slag yield of sputtering to the sample by this converged ion beam (2') by  $y_s$ , and generated the effective yield by  $y_u$  and sputtering, is set to  $t$  (s).

[0034] Using above models and parameters, the depth direction profile was computed and the depth direction resolution on each analysis condition was presumed.

[0035] The enlarged drawing of Z axial cross section shape of the shave-off section (17) of the model shown in drawing 5 is shown in drawing 6. Since the sectional shape of the shave-off section (17) defined the beam profile as Gaussian distribution, it is expressed by the integration of Gaussian distribution. Namely, the following formulas : [0036]

[Equation 1]

$$\frac{L_y}{L_{y \max}} = \frac{\int_{-\infty}^{Z_0 - \Delta Z} G(Z) dZ}{2 \int_{-\infty}^{Z_0} G(Z) dZ}$$

[0037] The curve which expresses shave-off sectional shape by (however,  $L_{y \max}$  expresses the direction limit position of Y where a sample is shaved off by the converged ion beam (2')) can be expressed as a function of Z (depth).

[0038] Therefore, in the position (in drawing 6, a beam center is right-hand side [ /  $Z_0$ ]) whose current beam position is shallower than  $Z_0$ . The secondary ion intensity from the element uniformly contained in the 2nd layer increases with the curve proportional to the integration of Gaussian distribution, and serves as constant value  $I_s$  in the position (in drawing 6, a beam center is left-hand side [ /  $Z_0$ ]) whose current beam position is deeper than  $Z_0$ .

[0039] A depth direction profile to a multilayered film sample obtained from the above-mentioned simulation computation is shown in drawing 7. 16% and 84% of intensity of ionic strength  $I_s$  which was calculated as mentioned above and which becomes fixed in a depth direction profile computes a position of the direction (depth direction) beam center of  $z$  expected, Distance  $\Delta Z$  between each beam center position was defined as depth direction resolution in shave-off analysis.

[0040] Thus, a dependency over each experimental parameter of computed depth direction resolution was examined further. The 1st layer and the 2nd layer of a presentation of a multilayered film sample used for calculation was made into  $\text{SiO}_2$ , calculation was performed by an interface of the 1st layer and the 2nd layer, and depth direction resolution was computed from intensity change of  $^{28}\text{Si}^+$  ion by which it was generated from a film of the 2nd layer.

[0041] A dependency over an analysis cross-section area ( $L_x - L_y$ ) which is a product of width  $L_x$  of a sample of depth direction resolution  $\Delta Z$  and height  $L_y$  is shown in drawing 8. Here, if depth direction resolution has a constant analysis cross-section area, it will become width and height of an analysis section with \*\*\*\*\* regularity. It turns out that depth direction resolution becomes so good that an analysis cross-section area is small. An analysis cross-section area in the case of realistic shave-off depth direction analysis is understood that below 10-micrometer<sup>2</sup> is appropriate although it is greatly dependent on the minimum beam diameter of FIB.

[0042]Below, a dependency over a diameter of a converged ion beam of depth direction resolution  $\Delta Z$  is shown in drawing 9. Beam diameter  $d$  of a primary ion beam (converged ion beam) and beam current  $I_p$  have a respectively close relation. Here, it calculated using combination of typical  $d$  and  $I_p$  in a device used for this invention. A dashed line showed depth direction resolution at the time of using the latest nano-scale converged ion beam. What depth direction resolution  $\Delta Z$  becomes good (it becomes small) is understood, so that drawing 9 may show and the diameter  $d$  of an ion beam becomes small.

[0043]Below, a dependency over depth direction ion-beam-scanning speed  $v_z$  of depth direction resolution  $\Delta Z$  is shown in drawing 10. Depth direction ion-beam-scanning speed  $v_z$  is Z axial component of a scan speed of a converged ion beam in a high precision shave-off scan. A tendency for depth direction resolution  $\Delta Z$  to become good (it becomes small) is seen, so that depth direction ion-beam-scanning speed  $v_z$  is late. However, if depth direction ion-beam-scanning speed  $v_z$  becomes small, a weld slag total amount per unit time decreases, and it needs to be cautious of a point that as a result secondary ion intensity decreases.

[0044]Next, to drawing 11, the angle  $\theta$  of the direction ( $X_p$ ) of X of a primary ion beam (converged ion beam) scan of depth direction resolution  $\Delta Z$ , and the direction ( $X_L$ ) of interface X to make. And a dependency over the angle  $\phi$  of a primary ion beam incidence direction ( $Y_p$ ) of depth direction resolution  $\Delta Z$  and the direction ( $Y_L$ ) of interface Y to make is shown. Direction  $X_p$ ,  $X_L$ ,  $Y_p$ ,  $Y_L$ , and the angles  $\theta$  and  $\phi$  are illustrated by upper left part of drawing 5. A dependency over angle  $\theta$  takes the minimal value of 10.4 nm, when an angle is  $\theta = 0$  degree, and resolution is getting worse linearly before and behind that. On the other hand, a dependency over the angle  $\phi$  of beam incidence direction  $Y_p$  and direction [ of interface Y ]  $Y_L$  to make showed the minimal value at the time of negative in an angle (when  $Y_p$  has shifted in the counter clockwise direction to  $Y_L$  like an axis of coordinates shown in the drawing 5 upper left part). On this experimental condition although it changes with experimental conditions, as shown in drawing 11, a relation of the angle  $\phi$  and depth direction resolution  $\Delta Z$  which give this minimum became the minimum at the time of angle -0.4 degree, and a value of depth direction resolution  $\Delta Z$  was 3 nm. Since this has the inclination for which a shave-off section (17) depends on an experimental condition to the direction of a beam axis as shown in drawing 6, When the angle  $\phi$  of beam incidence direction  $Y_p$  and direction [ of interface Y ]  $Y_L$  to make does not become the minimum but depth direction resolution  $\Delta Z$  leans to a negative direction slightly in 0 degree, it means that depth direction resolution  $\Delta Z$  becomes the minimum. Compared with each experimental condition examined so far, it turns out that contribution which these angles give to resolution is extraordinarily large. It turned out that it is preferred to provide a precision sample leaning device in which beam slewing mechanism in which XZ side internal version is possible and YZ surface internal version of a shave-off section (17) are possible in a sample stage holding a sample.

[0045]Based on the optimal experimental condition in the actual condition in a device used for this invention, depth direction analytical method concerning this invention was applied to a multilayered film sample, and the result was measured. A used multilayered film sample comprises a 100 nm TiN film, a 500 nm Al film, a 100-nm TiN film, and a Si substrate sequentially from the surface. After performing flake-ized processing by Ga-FIB to a sample which consists of such composition, depth direction analysis concerning this invention was conducted observing a TiN film which is in a deeper position from the surface. In the case of analysis, the direction of X of primary ion beam scanning was rotated using beam slewing mechanism, and it

corrected in the direction of sample interface X.

[0046] A depth direction profile of a TiN film obtained according to this invention as a result of depth direction analysis of this sample is shown in drawing 12. A depth direction profile obtained from an experiment was mostly in agreement with a profile expected from simulation computation. Here, based on a definition of the depth direction resolution computing method, depth direction resolution  $\Delta Z$  was computed from a  $^{48}\text{Ti}^+$  depth direction profile. When an experimental definition was followed, a peak rose and depth direction resolution  $\Delta Z$  was 20 nm in 30 nm and a falling portion in a portion. Depth direction resolution  $\Delta Z$  obtained from a simulation in the same experimental condition (when the angle  $\phi$  of beam incidence  $Y_p$  and direction [ of interface Y ]  $Y_L$  to make considers it as 0 degree) is 10.4 nm. Depth direction resolution obtained from an experimental result understands 2.0 times as large (resolution is bad) a thing as resolution presumed in a simulation. As this cause, disagreement of primary ion beam incidence direction  $Y_p$  and direction [ of sample interface Y ]  $Y_L$  can be considered. If the angle  $\phi$  of primary ion beam incidence direction  $Y_p$  and direction [ of sample interface Y ]  $Y_L$  when set to depth direction resolution  $\Delta Z$  obtained in an experiment to make is presumed from a simulation, it will become  $\phi = +0.19$  degrees. This shows that very high accuracy is required, when a sample is inclined. Therefore, in order to perform more shave-off depth direction analysis concerning this invention to high degree of accuracy, I think that a high precision sample leaning device like a sample stage moving mechanism (12) needs to be introduced.

[0047] Depth direction resolution  $\Delta Z$  at the time of performing depth direction analytical method concerning this invention using the latest FIB art estimated it as 1.4 nm by conducting depth direction analysis on an analysis condition which was determined based on the above simulation computation result and experimental result and which was shown with a parenthesis below. This depth direction resolution value fully satisfies "realization of a high sensitivity depth direction analysis method in very high depth direction resolution of about several nanometers" mentioned to the purpose of an invention.

[0048]\*\* Make an analysis cross-section area smaller. ( $L_x - L_y < 1\text{-micrometer}^2$ )

\*\* Adopt a higher converged ion beam of the convergence characteristic. (A beam diameter of  $d \leq 10$  nm, beam current  $I_p \geq 1_p \text{ A}$ )

\*\* Let depth direction scan speed  $v_z$  be a low speed more. ( $v_z = 0.1$  nm/s)

\*\* Fully adjust mechanical position doubling of a converged ion beam and a sample. (An angle of  $\theta = 0$  degree, angle  $\phi = -0.4$  degree)

[0049]

[Effect of the Invention] According to this invention, the high sensitivity depth direction analysis method in very high depth direction resolution of about several nanometers is possible. The depth direction analysis method for which depth direction resolution does not depend on the analysis depth is realizable. It is also possible to be able to apply to the irregular surface, the particle surface, etc., and to suppress the influence of knock-on mixing, weld slag reattachment, etc. as much as possible. The method and device which conduct the depth direction element distributive analysis which can realize the depth direction analysis method which can do the microscopic small region about several micrometer<sup>2</sup> with the analysis object surface can be provided.

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2001-174421  
(P2001-174421A)

(43) 公開日 平成13年6月29日 (2001.6.29)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード* (参考)
G 0 1 N	23/225	G 0 1 N	23/225
H 0 1 L	21/302	H 0 1 L	21/66
	21/66		21/302

審査請求 有 請求項の数16 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平11-357438

(22) 出願日 平成11年12月16日 (1999. 12. 16)

特許法第30条第1項適用申請有り 1999年8月10日 日本表面科学会発行の「表面科学 第20巻第8号」に発表

(71) 出願人 391012327  
東京大学長  
東京都文京区本郷7丁目3番1号  
(72) 発明者 二瓶 好正  
東京都世田谷区上祖師谷1-8-21  
(72) 発明者 尾張 真則  
千葉県流山市前ヶ崎719-2-111  
(72) 発明者 富安 文武乃進  
神奈川県横浜市神奈川区大口通128-7  
(74) 代理人 100058479  
弁理士 鈴江 武彦 (外5名)

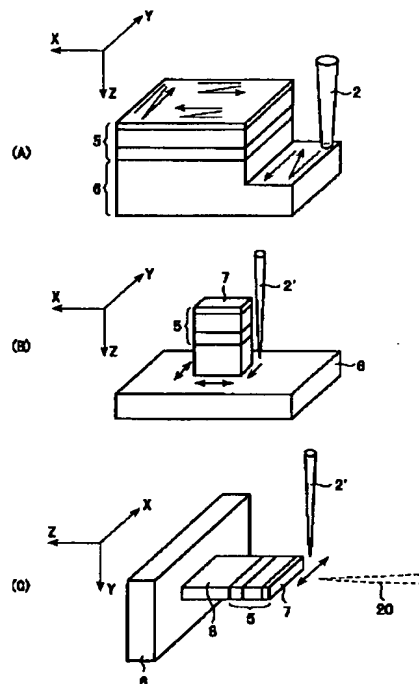
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 収束イオンビームによる精密断面加工を用いた深さ方向元素分布分析方法及びその装置

(57) 【要約】

【課題】従来の深さ方向分析方法では、深さ方向分解能は分析深さに依存して低下するという問題点があり、また凹凸のある表面や微粒子表面などを分析対象とする場合スパッタ収率が変化するため正確な深さ方向分析が困難であり、ノックオンミキシングやスパッタ再付着などの影響により深さ方向分解能が低下し、また、分析には最低でも数百 $\mu\text{m}^2$ 程度の極めて広い分析領域が必要となるため、極微小領域での元素分布解析法として用いるには不都合があった。

【解決手段】収束イオンビーム(2')により試料表面を精密断面加工する工程と、前記精密断面加工により得られた断面(17)から発生する微粒子(3)を測定する工程と、前記測定によって得た値を前記収束イオンビームの深さ方向走査位置の関数として処理する工程と、を具備することを特徴とする、試料の深さ方向元素分布分析を行う方法。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 収束イオンビーム(2)により試料を精密断面加工する工程と、  
前記精密断面加工により得られた断面(17)から発生する微粒子(3)を測定する工程と、  
前記測定によって得た値を前記収束イオンビームの深さ方向走査位置の関数として処理する工程と、を具備することを特徴とする、試料の深さ方向元素分布分析を行う方法。

【請求項2】 試料の深さ方向元素分布分析を行う方法であって、  
前記試料を深さ方向に切り出すことによって、側断面(8)を有する薄片(7)を形成する工程と、  
前記薄片の側断面に収束イオンビーム(2')を照射し、かつ該収束イオンビームによる精密断面加工を行う工程と、  
前記薄片の精密断面加工により得られた断面(17)から発生する微粒子を測定する工程と、  
該測定の結果を前記収束イオンビームの深さ方向走査位置の関数として処理する工程と、を具備することを特徴とする、深さ方向元素分布分析を行う方法。

【請求項3】 請求項2に記載の方法であって、  
前記薄片(7)を切り出す工程は：該試料の表面上に第1のイオンビームをラスタ走査して、イオンビームエッチングにより前記薄片を形成する粗切断加工工程と、  
前記薄片の側断面に沿って第2のイオンビームのshave-off走査を行うことによって、該側断面の表面処理をする精密切断加工工程と、を具備することを特徴とする、深さ方向元素分布分析を行う方法。

【請求項4】 請求項3に記載の方法であって、  
前記第2のイオンビームのビーム電流及びビーム径は、  
前記第1のイオンビームのビーム電流及びビーム径以下であることを特徴とする、深さ方向元素分布分析を行う方法。

【請求項5】 請求項1ないし請求項4のいずれか一つに記載の方法であって、前記精密断面加工時の収束イオンビーム走査の深さ方向の速度成分(vz)は、該収束イオンビーム走査の試料幅方向の速度成分(vx)に対して1000分の1以下であることを特徴とする、深さ方向元素分布分析を行う方法。

【請求項6】 請求項2ないし請求項4のいずれか一つに記載の方法であって、前記試料の断面積(Lx・Ly)は1μm<sup>2</sup>以下であることを特徴とする、深さ方向元素分布分析を行う方法。

【請求項7】 請求項1ないし請求項4のいずれか一つに記載の方法であって、前記収束イオンビームのビーム径(d)は10nm以下であり、かつ前記収束イオンビームのビーム電流(Ip)は1pA以上であることを特徴とする、深さ方向元素分布分析を行う方法。

【請求項8】 請求項1ないし請求項4のいずれか一つ

に記載の方法であって、該試料が少なくとも1つの層を有する場合、前記収束イオンビーム(2')走査の摺動方向(Xp)が、前記層の界面のなす第1の方向(X1)と一致するように設定されることを特徴とする、深さ方向元素分布分析を行う方法。

【請求項9】 請求項1ないし請求項4のいずれか一つに記載の方法であって、該試料が少なくとも1つの層を有する場合、前記収束イオンビーム(2')のビーム軸方向(Yp)が、前記層の界面のなす第2の方向(Y1)に対して、負の値となるように設定されることにより、精密断面加工により得られた断面の法線と該界面の法線とのなす角を小さくすることを特徴とする、深さ方向元素分布分析を行う方法。

【請求項10】 イオン源(9)と、  
該イオン源に隣接して設けられ、該イオン源からのイオンを収束し、収束イオンビーム(2')を形成し、該収束イオンビームを試料に向け照射する一次イオン光学系(10)と、  
該一次イオン光学系に隣接して設けられ、該試料を保持する試料ステージ(11)と、  
該収束イオンビームの試料への照射角度を制御する試料ステージ回動機構(12)と、  
該試料ステージに隣接して設けられ、該収束イオンビームによる精密断面加工により連続的に得られた断面から発生した微粒子を収集する微粒子輸送光学系(13)と、

該微粒子輸送光学系(13)に隣接して設けられ、該微粒子輸送光学系(13)で収集された微粒子を受けて、該微粒子の測定を行う分析装置(14)と、  
該収束イオンビームを試料の表面上を走査させるイオンビーム走査手段と、を具備する深さ方向元素分布分析装置であって、  
前記イオンビーム走査手段は、走査の深さ方向の速度成分(vz)が、該走査の試料幅方向の速度成分(vx)に対して1000分の1以下であるように、収束イオンビーム走査を行う、ことを特徴とする深さ方向元素分布分析装置。

【請求項11】 請求項10に記載の装置であって、前記微粒子は二次イオンであり、前記分析装置は質量分析装置であることを特徴とする、深さ方向元素分布分析装置。

【請求項12】 請求項10に記載の装置であって、前記微粒子は、オージェ電子であり、前記分析装置は電子分光分析装置であることを特徴とする深さ方向元素分布分析装置。

【請求項13】 請求項10に記載の装置であって、該装置は、前記断面に対しプローブ(20)を照射するプローブ発生器(19)をさらに具備し、前記分析装置は該プローブの照射によって該断面から生成される微粒子を測定することを特徴とする深さ方向元素分布分析装

置。

【請求項14】 請求項13に記載の装置であって、前記プローブは電子ビームであり、前記微粒子はオージェ電子、反射電子、二次電子のいずれかであり、前記分析装置は電子分光分析装置であることを特徴とする、深さ方向元素分布分析装置。

【請求項15】 請求項13に記載の装置であって、前記プローブはX線ビームであり、前記微粒子は光電子であり、前記分析装置は電子分光分析装置であることを特徴とする、深さ方向元素分布分析装置。

【請求項16】 請求項13に記載の装置であって、前記プローブはイオンビームであり、前記微粒子はオージェ電子、二次電子、散乱イオン、二次イオンのいずれかであり、前記分析装置は電子分光分析装置、散乱イオンエネルギー分析装置、および質量分析装置のいずれかであることを特徴とする、深さ方向元素分布分析装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、あらゆる形状の固体表層ならびに固体内部を対象とした微量元素の正確な深さ方向分布計測を可能とする方法及びその装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来の固体表層における二次イオン質量分析（SIMS）法による深さ方向元素分布計測方法の概略を、図1に示す。すなわち、試料（1）にイオンビーム（2）をラスタ走査によって照射して、試料表面から発生する二次イオン（3）等を二次イオン質量分析系によって測定することにより、分析対象である試料の深さ方向元素分布を計測・解析するものである。このような深さ方向元素分布計測方法の代表的な従来法としては、SIMS法やスパッタオージェ電子分光（AES）法、スパッタX線光電子分光（XPS）法などが挙げられる。

【0003】 従来法においては、スパッタに用いられるイオンビームの電流密度とスパッタ表面の原子密度ならびにスパッタ収率を定めて、エッチング深さを定義する。このようにして定義されたエッチング深さの関数としての各種検出信号強度変化を得、固体表層での深さ方向元素分布測定を行う。

【0004】 この際の深さ方向分解能（当該分析方法によって識別し得る深さ方向の最小距離）は、イオンビーム照射に伴う固体表面粗さに大きく依存する。すなわち、図2（A）に示すように、当初分析表面に微少な凸部（4）が存在すると、イオンビームがラスタ走査により該凸部をくり返しスパッタした際には、イオン入射角依存性により、図2（B）のように凸部は一層突出するようになり、このため試料表面粗さが大きくなる。そして、試料表面粗さが大きくなるにしたがい、該凸部の元素分布は測定結果に反映されず、そのため深さ方向分

解能は低下してしまう。すなわち、従来の深さ方向分析法において、より高い深さ方向分解能を実現するためには、分析対象表面を常に平滑に保つことが要求される。

【0005】 最近では、イオンビーム照射に伴う試料表面粗れをできるだけ少なくする目的から、斜入射イオンビームの採用やイオンビームの低エネルギー化などが行われている。この結果、表面から極めて浅い領域での深さ方向分析においては、3 nm程度の深さ方向分解能での高感度元素分布解析が実現されつつある。

10 【0006】 しかしながら、この従来の深さ方向分析法における固体表面粗さが、分析深さが深くなるにしたがい増大するという欠点は依然解決されていない。したがって、従来法によれば深さ方向分解能は分析深さに依存して低下するという問題点がある。さらに、あらかじめ凹凸のある表面や微粒子表面などを分析対象とする際には、形状効果の影響により分析表面のスパッタ収率が変化するため正確な深さ方向分析が困難であるという問題点もある。同時に、分析表面に直接イオンを照射するため、ノックオンミキシングやスパッタ再付着などの影響により深さ方向分解能が低下するという問題点も残されている。また、分析には最低でも数百 $\mu\text{m}^2$ 程度の極めて広い分析領域が必要となるため、極微小領域での元素分布解析法として用いるには不都合があった。

20 【0007】 近年の半導体技術分野に注目すれば、半導体素子の加速度的な微細化・高集積化が実現されつつある。また、材料開発分野においても高纯净度鋼などのように材料中に混入する不純物の微小化・低濃度化が強力に推進され、さらには無機マイクロカプセルなどに代表されるような粉体材料の微小化・高機能化が行なわれている。以上のような各種材料の開発・評価・分析のためには、あらゆる形状の固体表面の微小領域に対して適用可能な深さ方向分析法の開発が必要不可欠となる。

【0008】

【課題を解決するための手段】 本件発明者は、以上のような問題を解決すべく、あらゆる形状の固体表面の微小領域に対して適用可能な深さ方向分析法であって、以下に列挙するような特長を有する「収束イオンビームによる精密断面加工を用いた深さ方向元素分布分析方法及びその装置」を発明した。

40 【0009】 ① 数nm程度の極めて高い深さ方向分解能での高感度深さ方向分析法の実現

② 深さ方向分解能が分析深さに依存しない深さ方向分析法の実現

③ 凹凸のある表面や微粒子表面などに適用可能な深さ方向分析法の実現

④ ノックオンミキシングならびにスパッタ再付着などの影響を極力抑えた深さ方向分析法の実現

50 ⑤ 数 $\mu\text{m}^2$ 程度の極微小領域を分析対象表面とできる深さ方向分析法の実現次に、上記のような目的を達成するための本発明の構成について説明する。



【0010】本発明の第1の実施の態様によれば、収束イオンビーム(2)により試料を精密断面加工する工程と、前記精密断面加工により得られた断面から発生する微粒子を測定する工程と、前記測定によって得た値を前記収束イオンビームの深さ方向走査位置の関数として処理する工程と、を具備することを特徴とする、試料の深さ方向元素分布分析を行う方法が提供される。ここで、精密断面加工時の収束イオンビーム走査方法を高精度shave-off走査と定義する。高精度shave-off走査とは、分析対象を完全に含む程度の微小面積に対して、収束イオンビームのX方向走査速度に対してきわめて遅い速度(好ましくは、 $1/10,000$ 以下)でZ方向走査を行う走査方法をいう。なお、X方向とは、図3(A)乃至図3(C)に示すような試料の幅方向をいい、またZ方向とは、図3(A)乃至図3(C)に示すような試料の深さ方向をいう。

【0011】また、本発明の第2の実施の態様によれば、凹凸の激しい固体表面や微粒子表面を含む全ての固体表層において、深さ方向に濃度分布あるいは少なくとも一つの層(5)を有する試料に対し適用可能且つ有効な、深さ方向元素分布分析を行う方法であって、前記試料を深さ方向に切り出すことによって、側断面(8)を有する薄片(7)を形成する工程と、前記薄片の側断面に収束イオンビーム(2')を照射し、かつ該収束イオンビームによる精密断面加工を行う工程と、前記薄片の精密断面加工により得られた断面(17)から発生する微粒子を測定する工程と、該測定の結果を前記収束イオンビームの深さ方向走査位置の関数として処理する工程と、を具備することを特徴とする、深さ方向元素分布分析を行う方法。が提供される。

【0012】第2の実施の態様において、前記薄片(7)を切り出す工程は、該試料の表面上に第1のイオンビームをラスター走査して、イオンビームエッチングにより前記薄片を形成する粗切断加工工程と、前記薄片の側断面に沿って第2のイオンビームのshave-off走査を行うことによって、該側断面の表面処理をする精密切断加工工程と、を含んでも良い。なお、shave-off走査とは、前記高精度shave-off走査と同様の走査であって、X方向走査速度に対して遅い速度(たとえば、 $1/10$ 以下)でZ方向走査を行う走査方法をいう。また、前記第2のイオンビームのビーム電流及びビーム径は、前記第1のイオンビームのビーム電流及びビーム径以下となるように設定しても良く、たとえば収束イオンビームであっても良い。

【0013】また、第1及び第2の実施の態様において、前記精密断面加工時の収束イオンビーム走査、すなわち、高精度shave-off走査の深さ方向の速度成分 $v_z$ を、該高精度shave-off走査の試料幅方向の速度成分 $v_x$ に対して $1000$ 分の1以下の速度としても良い。また、前記試料の断面積( $L_x \cdot L_y$ )

は $1\mu m^2$ 以下になるように、薄片を形成するようにしても良い。また、収束イオンビームの収束特性は高くするのが良く、たとえば、ビーム径は $10nm$ 以下であり、ビーム電流は $1pA$ 以上である収束イオンビームを使用するのが好ましい。また、収束イオンビームの走査のX方向と試料X方向との精密な機械的位置合わせが行われるのが好ましく、たとえば、前記精密断面加工時の収束イオンビーム(2')走査の摺動方向 $X_p$ が、試料に含まれるすくなくとも一つの層の界面のなす第1の方向 $X_L$ (試料薄片幅方向)と一致するように設定されても良い。さらに、収束イオンビームのY(入射またはビーム軸)方向と試料Y方向との精密な機械的位置合わせが行われるのが好ましく、たとえば、前記収束イオンビーム(2')のビーム軸方向 $Y_p$ が、試料に含まれるすくなくとも一つの層の界面のなす第2の方向 $Y_L$ (試料薄片高さ方向)に対して、負の値となるように設定されることにより、精密断面加工により得られた断面の法線と該界面の法線とのなす角を小さくするように調整が行われても良い。

【0014】さらに、本発明の第3の実施の態様によれば、イオン源(9)と、該イオン源に隣接して設けられ、該イオン源からのイオンを収束し、収束イオンビーム(2')を形成し、該収束イオンビームを試料に向け照射する一次イオン光学系(10)と、該一次イオン光学系に隣接して設けられ、該試料を保持する試料ステージ(11)と、該収束イオンビームの試料への照射角度を制御する試料ステージ回転機構(12)と、該試料ステージに隣接して設けられ、該収束イオンビームによる精密断面加工により連続的に得られた断面から発生した微粒子を収集する微粒子輸送光学系(13)と、該微粒子輸送光学系(13)に隣接して設けられ、該微粒子輸送光学系(13)で収集された微粒子を受けて、該微粒子の測定を行う分析装置(14)と、該収束イオンビームを試料の表面上を走査させるイオンビーム走査手段と、を具備する深さ方向元素分布分析装置であって、前記イオンビーム走査手段は、走査の深さ方向の速度成分( $v_z$ )が、該走査の試料幅方向の速度成分( $v_x$ )に対して $1000$ 分の1以下であるように、収束イオンビーム走査を行う、ことを特徴とする深さ方向元素分布分析装置が提供される。当該装置において、測定対象となる微粒子は二次イオンであってもよく、その場合前記分析装置には質量分析装置が用いられる。また、測定対象となる微粒子はオーグ電子あるいは光電子であってもよく、その場合、前記分析装置は電子分光分析装置を用いれば良い。

【0015】また、本発明の別の実施態様によれば、深さ方向元素分布分析装置は前記断面に対しプローブ(20)を照射するプローブ発生器(19)をさらに具備し、前記分析装置は該プローブの照射によって該断面から生成される微粒子を測定するように構成しても良い。

該プローブは、たとえば電子ビーム、X線ビーム、イオンビーム等であり、電子ビームを用いた場合には、精密断面加工により連続的に得られた断面からオージェ電子、反射電子、二次電子等が発生し、これらを電子分光分析装置を用いて測定してもよい。また、X線ビームを用いた場合には、精密断面加工により連続的に得られた断面から光電子等が発生し、これらを電子分光分析装置を用いて測定してもよい。さらに、イオンビームを用いた場合には精密断面加工により連続的に得られた断面からオージェ電子、二次電子、散乱イオン、二次イオン等が発生し、これらを電子分光分析装置、散乱イオンエネルギー分析装置、あるいは質量分析装置を用いて測定してもよい。

【0016】なお、本発明は、収束イオンビーム加工機能と元素分析機能を同時に有する測定装置に適用が可能である。以下に、適用可能な製品の一例を示す。

【0017】SIMS装置：二次イオン質量分析装置TRIFTシリーズ/Model 6000シリーズ（アルバック・ファイ株式会社製）、IMS-6F型二次イオン質量分析計（カメカインストルメンツ株式会社製）、二次イオン質量分析装置SIMS4500（セイコーインストルメンツ株式会社製）など。走査イオン顕微鏡装置：走査イオン顕微鏡JIB-2300（日本電子株式会社製）、高性能走査イオン顕微鏡SMI9200/9800（セイコーインストルメンツ株式会社製）、集束イオンビーム加工観察装置FB-2000A（株式会社日立製作所製）など。

【0018】

【発明の実施の形態】以下に、図面を参照しながら本発明の実施の形態について説明する。

【0019】本発明に係る「収束イオンビームによる精密切断加工を用いた深さ方向分析方法」を実施する工程を図3（A）から図3（C）に示す。本実施の形態においては基層（6）上に形成された多層薄膜（5）を有する試料を分析対象としているが、分析対象は多層薄膜に限られず、たとえば、本発明によれば、ある種の薄膜で外周をコーティングされた、極小微粒子を分析する事もできる。なお、収束イオンビーム（以下、「FIB」という）走査方向を説明するためのXYZ軸を図3（A）から図3（C）に付記する。すなわち、X軸方向は、試料表面に平行な面に含まれる任意の方向、Y軸方向は試料表面に平行な面に含まれ、X軸方向に対して直角である方向、Z軸方向は該XY軸を含む平面の法線方向である。

【0020】始めに、図3（A）に示すように、分析しようとする多層薄膜（5）表面を収束イオンビーム

（2）（収束イオンビームとは「何らかの方法でビーム径を微小にし、且つイオン電流密度を高めたイオンビーム」と定義する。たとえば、Ga-FIBであって、以下収束イオンビームの代表的な例としてGa-FIBを

用いるものとして、本実施の形態を説明するが、本発明に用いることのできる収束イオンビームはこれに限られず、試料の材質に応じた他の反応性イオンからなる収束イオンビームを用いても良い。）のラスター走査により削り飛ばし、基層（6）上に起立する、多層薄膜（5）を含む直方体の薄片（以下単に「薄片（7）」という）を形成するように、多層薄膜試料の粗切断加工を行う。

【0021】次に、図3（B）に示すように、試料粗切断加工工程によって形成された多層薄膜界面を含む薄片（7）の各側面に対して、十分に収束させたGa-FIB（2'）のshave-off走査により、薄片（7）の側面断面の精密切断加工を行う。これにより、側面表面の粗さを低減させると共に、試料粗切断加工工程時にイオンビームのスパッタにより飛散し付着した原子等を除去して、分析精度を一層向上させることができる。

【0022】次いで、図3（C）に示すように、精密切断加工後の試料を、薄片（7）の側面断面のいずれか一面に収束イオンビーム（2'）が当たるように、該試料を回転（たとえば、XZ平面について90°）させる。該回転された試料について、該収束イオンビーム

（2'）を照射する面（8）に対して高精度shave-off走査を行うことによって該試料の精密断面加工をおこない、連続的に断面（以下、「shave-off断面」という）を形成し、該shave-off断面から発生する二次イオン等を測定して深さ方向分析を行う。ここで、高精度shave-off走査とは発明者らが独自に開発したビーム走査方法のことであり、分析対象を完全に含む程度の微小面積に対して、収束イオンビームのX方向走査速度に対してきわめて遅い速度（好ましくは、1/10、000以下）でZ方向走査を行うことである。この際、分析対象たる薄片（7）は1回の面走査でイオンスパッタにより完全に削り飛ばされる必要があり、したがって本発明の実施においては、収束イオンビームのイオン電流密度乃至加速電圧は高精度shave-off走査速度に応じて、適宜調整されることが好ましい。

【0023】高精度shave-off分析とは、分析対象に対し高精度shave-off走査を行いながら、shave-off断面から発生した二次イオン等を質量分析器等により検出し、二次イオン等の強度をZ方向走査位置の関数として記録することにより、shave-off断面（たとえば収束イオンビーム（2'）によってスパッタされて形成される薄片（7）頂部の面をいう）における原子数等に比例した曲線（高精度shave-offプロファイル）を得る分析方法を指すものとする。

【0024】なお、本分析方法において、二次イオンの代わりにオージェ電子あるいは光電子などを観測しても良く、その場合には、質量分析器の代わりに電子分光装

置を用いれば良い。本分析法によれば、収束イオンビーム(2')のshave-off断面に対する入射角が一定に保持され、かつ1回の面走査で分析対象全体をスパッタするため、形状効果の影響やスパッタ再付着ならびにノックオンミキシングの影響が排除でき、また、いかなる形状の固体表面に対しても化学組成の定量性を維持した深さ方向分析が可能となる。さらに、shave-off断面の形状は如何なる深さにおいても相似となるため、深さ方向分解能(本分析方法により識別可能な深さ方向の最小距離をいう)が分析深さに依存しないという利点を有する。

【0025】また、本実施の形態の変形例によれば、精密断面加工に用いる収束イオンビーム(2')とは別個に、プローブ(20)をshave-off断面に照射し、該プローブの照射によって生成される微粒子を測定し、深さ方向分析を行う。該プローブとしては、電子ビーム、X線ビーム、イオンビームを用いて良く、これらによって生成されるオージェ電子、反射電子、二次電子、光電子、散乱イオン、二次イオン等を測定することにより、深さ方向分析を行っても良い。

【0026】上述の本発明の構成と作用より、発明の目的に挙げた以下の項目に該当する深さ方向分析法が実現できる。

【0027】① 深さ方向分解能が分析深さに依存しない深さ方向分析法の実現

② 凹凸のある表面や微粒子表面などに適用可能な深さ方向分析法の実現

③ ノックオンミキシングならびにスパッタ再付着などの影響を極力抑えた深さ方向分析法の実現

④ 数 $\mu\text{m}^2$ 程度の極微小領域を分析対象表面とできる深さ方向分析法の実現次に、本発明に係る深さ方向分析方法を実施するための装置について、図4を参照しながら説明する。

【0028】図4において、まずイオン源(9)からイオンが生成されると、該イオンは、たとえばコンデンサレンズ、対物レンズ、走査電極等から構成される一次イオン光学系(10)により、収束・加速されてイオンビーム(2)または収束イオンビーム(2') (以下、「イオンビーム(2)等」という)を形成する。該イオンビーム(2)等はたとえば、走査電極により或いはイオン源に設けられた機械的駆動機構等のイオンビーム走査手段(図示せず)によって、前記粗切断加工時におけるラスタ走査、精密切断加工時における高精度shave-off走査、及び精密断面加工時における高精度shave-off走査を行うように走査可能に制御される。

【0029】前記一次イオン光学系(10)によって加速・収束されたイオンビーム(2)等は、試料ステージ(11)に保持されている試料に照射される。なお、該試料ステージ(11)は、前記薄片(7)の側面断面のいずれか一面に収束イオンビーム(2')が当たるよう

に該試料を回転させるための試料ステージ傾斜機構(12)を備えている。また、該試料ステージは、固定された収束イオンビームに対して、該試料をXY方向(前記粗切断加工時、精密切断加工時)およびXZ方向(前記精密断面加工時)に自在に摺動可能とする可動機構(図示せず)を備えていても良い。

【0030】精密断面加工の際に該収束イオンビーム(2')が試料に照射されると、該試料のshave-off断面から二次イオン等の微粒子(3)が発生する。該発生した二次イオン等の微粒子(3)は、たとえば収束レンズ、軸補正電極等から構成される微粒子輸送光学系(13)で収集されて、分析装置(14)に輸送される。分析装置(14)で測定されたデータは、図示しない処理装置において深さ方向(Z方向)の関数として処理され、処理結果は図示しない出力表示装置によって、使用者等に提供される。なお、分析装置(14)は、測定対象を二次イオンとする場合においては、質量分析器を用いれば良く、この場合複数の元素を同時に検出することが可能なマルチチャンネル・検出器(multichannel detector)を用いることは、積層薄膜等の複数の元素からなる試料の深さ方向分析を行う際に好ましい。また、二次イオンの代わりにオージェ電子あるいは光電子を測定して深さ方向分析を行う場合は、質量分析器の代わりに電子分光器を分析装置(14)として用いれば良い。

【0031】また、本実施の形態の変形例にかかる深さ方向分析方法を実施するための装置は、精密断面加工を行う収束イオンビーム(2')とは別個の、プローブ(20)をshave-off断面(17)に照射するためのプローブ発生器(19)をさらに具備している。該プローブ発生器(19)から照射されたプローブ(20)によってshave-off断面から発生する微粒子を測定し、深さ方向分析を行う。該プローブとしては、電子ビーム、X線ビーム、イオンビームを用いて良く、これらによって生成されるオージェ電子、反射電子、二次電子、光電子、散乱イオン、二次イオン等を測定する。この変形例の場合、生成される微粒子の種類に応じて、分析装置(14)として電子分光分析装置、散乱イオンエネルギー分析装置、あるいは質量分析装置を用いても良い。

【0032】〔本発明の効果の評価〕本発明の効果の評価に関して、深さ方向分解能に注目しながらシミュレーション計算ならびに実験を行った。図5に多層薄膜試料に対する深さ方向分析のシミュレーション計算モデルと、シミュレーションに用いた各種パラメータを示す。図5は、図3(C)の一部拡大図に相当し、Ga-FIBによる精密切断加工後に被分析多層薄膜界面を含む薄片(7)に対して、高精度shave-off分析法による深さ方向分析を行っている状態を示す模式図である。薄片(7)は、基層(6)上(図5において右側)

に第2層(16)が積層形成され、第2層(16)上にさらに第1層(15)が積層形成されており、第1層(15)の端部には、収束イオンビーム(2')のスパッタリングにより、第1層(15)の一部が削り飛ばされて形成されたshave-off断面(17)がある。

【0033】薄片(7)のX方向長さを幅 $L_x$ ( $\mu\text{m}$ )、薄片(7)のY方向長さを高さ $L_y$ ( $\mu\text{m}$ )とする。また、第1層と第2層間の界面のX軸方向、Y軸方向をそれぞれ、 $X_L$ 、 $Y_L$ とし、該界面の法線方向を $Z_L$ とする。また、被分析層の密度を $\rho$ ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )、その分子量を $M$ とした。また、収束イオンビーム(2')については、そのビーム電流を $I_p$ ( $\text{pA}$ )、ビーム径を $d$ ( $\mu\text{m}$ )、ビーム軸方向を $Y_p$ 、ビームの高精度shave-off走査時のX軸方向の移動方向を $X_p$ 、同Z軸方向の移動方向を $Z_p$ とし、ビームの高精度shave-off走査時の $Z_p$ 方向のビーム走査速度を $v_z$ ( $\text{nm}/\text{s}$ )、 $X_p$ 方向のビーム走査速度を $v_x$ ( $\mu\text{m}/\text{s}$ )とする。さらに、該収束イオンビーム(2')による試料に対するスパッタリングのスパッタ

収率を $y_s$ 、その有効収率を $y_u$ 、スパッタリングにより発生した二次イオン等の検出単位時間を $t$ ( $\text{s}$ )とする。

【0034】以上のようなモデルとパラメータを用いて、深さ方向プロファイルを算出し、各分析条件における深さ方向分解能を推定した。

【0035】図5に示すモデルのshave-off断面(17)のZ軸方向断面形状の拡大図を図6に示す。shave-off断面(17)の断面形状は、ビーム

プロファイルをガウス分布と定義したため、ガウス分布

の積分で表現される。すなわち、以下の式：

$$\frac{L_y}{L_{y\max}} = \frac{\int_{-\infty}^{Z_0 - \Delta Z} G(Z) dZ}{2 \int_{-\infty}^{Z_0} G(Z) dZ}$$

【0037】(ただし、 $L_{y\max}$  は、収束イオンビーム(2')によって試料が削り取られるY方向限界位置を表す)によって、shave-off断面形状を表す曲線を $Z$ (深さ)の関数として表すことができる。

【0038】したがって、ビーム位置が $Z_0$ より浅い位置(図6において、ビーム中心が $Z_0$ より右側)では、第2層に均一に含まれる元素からの二次イオン強度はガウス分布の積分に比例した曲線で増大し、ビーム位置が $Z_0$ より深い位置(図6において、ビーム中心が $Z_0$ より左側)では一定値 $I_s$ となる。

【0039】上記シミュレーション計算より得られる多層薄膜試料に対する深さ方向プロファイルを図7に示

す。以上のようにして計算された、深さ方向プロファイルにおいて、一定となるイオン強度 $I_s$ の16%と84%の強度が予想される $z$ 方向(深さ方向)ビーム中心の位置を算出し、それぞれのビーム中心位置間の距離 $\Delta Z$ をshave-off分析における深さ方向分解能と定義した。

【0040】このようにして、算出された深さ方向分解能の各実験パラメータに対する依存性に関し、さらに検討を行なった。計算に用いた多層薄膜試料の組成は、第1層と第2層ともに $\text{SiO}_2$ とし、計算は第1層と第2層との界面で行い、深さ方向分解能は第2層の膜から発生した $28\text{Si}^+$ イオンの強度変化より算出した。

【0041】図8に、深さ方向分解能 $\Delta Z$ の、試料の幅 $L_x$ と高さ $L_y$ との積である分析断面積( $L_x \cdot L_y$ )に対する依存性を示す。ここで、深さ方向分解能は、分析断面積が一定であれば、分析断面の幅や高さに関らず一定となる。深さ方向分解能は、分析断面積が小さいほど良くなる(小さくなる)ことがわかる。現実的なshave-off深さ方向分析の際の分析断面積は、FIBの最小ビーム径に大きく依存するが、 $10\mu\text{m}^2$ 以下が妥当であることがわかる。

【0042】つぎに、図9に深さ方向分解能 $\Delta Z$ の収束イオンビーム径に対する依存性を示す。一次イオンビーム(収束イオンビーム)のビーム径 $d$ とビーム電流 $I_p$ は、それぞれ密接な関係がある。ここでは、本発明に用いた装置における代表的な $d$ と $I_p$ の組み合わせを用いて計算を行った。また、最近のナノスケール収束イオンビームを用いた際の深さ方向分解能を破線で示した。図9から分かるように、イオンビーム径 $d$ が小さくなるほど、深さ方向分解能 $\Delta Z$ が良くなる(小さくなる)ことがわかる。

【0043】つぎに、図10に深さ方向分解能 $\Delta Z$ の深さ方向イオンビーム走査速度 $v_z$ に対する依存性を示す。なお、深さ方向イオンビーム走査速度 $v_z$ とは、高精度shave-off走査における、収束イオンビームの走査速度のZ軸方向成分である。深さ方向イオンビーム走査速度 $v_z$ が遅い程、深さ方向分解能 $\Delta Z$ は良くなる(小さくなる)傾向がみられる。ただし、深さ方向イオンビーム走査速度 $v_z$ が小さくなれば、単位時間当たりのスパッタ総量が少なくなり、その結果二次イオン強度が減少する点に注意する必要がある。

【0044】つぎに、図11に深さ方向分解能 $\Delta Z$ の一次イオンビーム(収束イオンビーム)走査のX方向( $X_p$ )と界面X方向( $X_L$ )とのなす角 $\theta$ 、ならびに深さ方向分解能 $\Delta Z$ の一次イオンビーム入射方向( $Y_p$ )と界面Y方向( $Y_L$ )とのなす角 $\phi$ に対する依存性を示す。なお、方向 $X_p$ 、 $X_L$ 、 $Y_p$ 、 $Y_L$ 、角 $\theta$ 、 $\phi$ は、図5の左上部に図示されているものである。角 $\theta$ に対する依存性は、角度が $\theta = 0^\circ$ のときに極小値 $10.4\text{nm}$ をとり、その前後で直線的に分解能が悪くなってい

る。一方、ビーム入射方向 $Y_p$ と界面 $Y$ 方向 $Y_L$ とのなす角 $\phi$ に対する依存性は、角度が負（図5左上部に示される座標軸のように、 $Y_p$ が $Y_L$ に対して反時計回り方向にずれている場合）のときに極小値を示した。この極小を与える角度 $\phi$ と深さ方向分解能 $\Delta Z$ の関係は、実験条件により変化するが、図11中に示すような本実験条件においては角度 $-0.4^\circ$ のときに極小となり、深さ方向分解能 $\Delta Z$ の値は3nmであった。これは、図6に示したように、shave-off断面（17）がビーム軸方向に対して実験条件に依存する傾きを有するため、ビーム入射方向 $Y_p$ と界面 $Y$ 方向 $Y_L$ とのなす角 $\phi$ が $0^\circ$ では、深さ方向分解能 $\Delta Z$ が極小にならず、わずかに負の方向に傾けたときに深さ方向分解能 $\Delta Z$ が極小になることを意味する。また、これまでに検討した各実験条件に比べて、これらの角度が分解能に与える寄与が桁違いに大きいことがわかり、shave-off断面（17）のXZ面内回転が可能なビーム回転装置、ならびにYZ面内回転が可能な精密試料傾斜機構を、試料を保持する試料ステージに設ける事が好ましいことが分かった。

【0045】さらに、本件発明に用いた装置における現状での最適実験条件に基づき、多層薄膜試料に対し、本件発明にかかる深さ方向分析方法を適用し、その結果を測定した。用いた多層薄膜試料は、表面から順に100nmのTiN薄膜、500nmのAl薄膜、100nmのTiN薄膜、Si基板で構成される。このような構成からなる試料に対して、Ga-FIBによる薄片化加工を行った後に、表面からより深い位置にあるTiN薄膜に注目しながら本発明に係る深さ方向分析を行なった。なお分析の際には、ビーム回転装置を用いて一次イオンビーム走査のX方向を回転させ、試料界面X方向に修正した。

【0046】本発明にしたがって該試料の深さ方向分析の結果得られたTiN薄膜の深さ方向プロファイルを図12に示す。実験より得られた深さ方向プロファイルは、シミュレーション計算より予想されるプロファイルとほぼ一致した。ここで、深さ方向分解能算出法の定義に基づき、 $^{48}\text{Ti}^+$ 深さ方向プロファイルより、深さ方向分解能 $\Delta Z$ を算出した。実験的定義にしたがうと、深さ方向分解能 $\Delta Z$ はピークの立ち上り部分で30nm、立ち下り部分で20nmであった。同一実験条件（ビーム入射 $Y_p$ と界面 $Y$ 方向 $Y_L$ とのなす角 $\phi$ が $0^\circ$ としたとき）でのシミュレーションより得られる深さ方向分解能 $\Delta Z$ は、10.4nmである。実験結果より得られた深さ方向分解能は、シミュレーションで推定される分解能より、2.0倍大きい（分解能が悪い）ことがわかる。この原因としては、一次イオンビーム入射方向 $Y_p$ と試料界面 $Y$ 方向 $Y_L$ との不一致が考えられる。実験で得られた深さ方向分解能 $\Delta Z$ となる時の、一次イオンビーム入射方向 $Y_p$ と試料界面 $Y$ 方向 $Y_L$ とのなす角 $\phi$ を

シミュレーションより推定すれば、 $\phi = +0.19^\circ$ となる。このことにより、試料を傾斜する際には極めて高い精度が要求されることがわかる。したがって、本発明に係るshave-off深さ方向分析をより高精度に行うためには、試料ステージ回転機構（12）のような高精度試料傾斜機構の導入が必要であると考えられる。

【0047】以上のシミュレーション計算結果と実験結果に基づき決定された、以下に括弧付きで示された分析条件において深さ方向分析を行うことにより、最近のFIB技術を用いて、本発明に係る深さ方向分析方法を実行した場合の深さ方向分解能 $\Delta Z$ は、1.4nmと見積もられた。この深さ方向分解能値は、発明の目的に挙げた「数nm程度の極めて高い深さ方向分解能での高感度深さ方向分析法の実現」を十分に満足するものである。

- 【0048】① 分析断面積をより小さくする。（ $L_x \cdot L_y \leq 1 \mu\text{m}^2$ ）  
 ② 収束特性のより高い収束イオンビームを採用する。（ビーム径 $d \leq 10 \text{nm}$ ，ビーム電流 $I_p \geq 1 \text{pA}$ ）  
 ③ 深さ方向走査速度 $v_z$ をより低速とする。（ $v_z = 0.1 \text{nm/s}$ ）  
 ④ 収束イオンビームと試料との機械的位置合わせを十分に調整する。（角度 $\theta = 0^\circ$ ，角度 $\phi = -0.4^\circ$ ）

【0049】

【発明の効果】本発明によれば、数nm程度の極めて高い深さ方向分解能での高感度深さ方向分析法が可能であり、また、深さ方向分解能が分析深さに依存しない深さ方向分析法が実現可能であり、また、凹凸のある表面や微粒子表面などに適用可能であり、また、ノックオンミキシングならびにスパッタ再付着などの影響を極力抑えることも可能であり、また、数 $\mu\text{m}^2$ 程度の極微小領域を分析対象表面とできる深さ方向分析法の実現をする事が可能である、深さ方向元素分布分析をおこなう方法及び装置を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】従来の固体表層における二次イオン質量分析（SIMS）法による深さ方向元素分布計測方法の概略を示す概略図。

【図2】イオンビーム照射に伴い固体表面粗さが増大することを示す説明図。

【図3】本発明に係る「収束イオンビームによる精密断面加工を用いた深さ方向元素分布分析方法」の工程説明図であって、図3（A）は粗切断加工工程、図3（B）は精密切断加工工程、図3（C）は精密断面加工工程をそれぞれ示す。

【図4】本発明に係る深さ方向分析方法を実施するための装置の概略図。

【図5】多層薄膜試料に対する深さ方向分析のシミュレーション計算モデルと、シミュレーションに用いた各種パラメータを示す説明図。

【図6】図5に示すシミュレーションモデルにおけるs

have-off断面のZ軸方向断面形状の拡大図。

【図7】シミュレーション計算より得られる多層薄膜試料に対する深さ方向プロファイルを示す図。

【図8】深さ方向分解能 $\Delta Z$ の、試料の幅 $L_x$ と高さ $L_y$ との積である分析断面積( $L_x \cdot L_y$ )に対する依存性を示す図。

【図9】深さ方向分解能 $\Delta Z$ の収束イオンビーム径に対する依存性を示す図。

【図10】深さ方向分解能 $\Delta Z$ の深さ方向イオンビーム走査速度 $v_z$ に対する依存性を示す図。

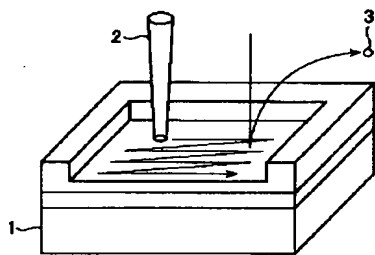
【図11】深さ方向分解能 $\Delta Z$ の、角 $\theta$ 、角 $\phi$ に対する依存性を示す図。

【図12】本発明を多層薄膜試料に適用して得られた、TiN薄膜の深さ方向プロファイルを示す図。

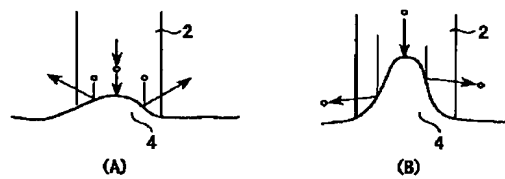
【符号の説明】

- 2 … 収束イオンビーム
- 3 … 二次イオン等の微粒子
- 5 … 多層薄膜
- 6 … 基層
- 7 … 薄片
- 8 … 収束イオンビームを照射する面
- 9 … イオン源
- 10 … 一次イオン光学系
- 11 … 試料ステージ
- 12 … 試料ステージ傾斜機構
- 13 … 微粒子輸送光学系
- 14 … 分析装置
- 17 … shave-off断面
- 19 … プローブ発生器
- 20 … プローブ

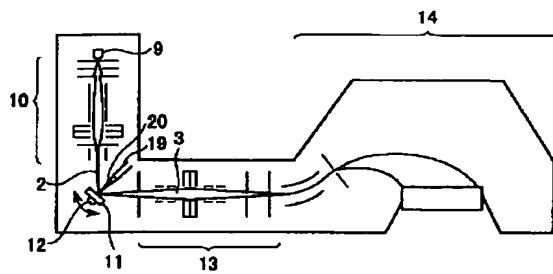
【図1】



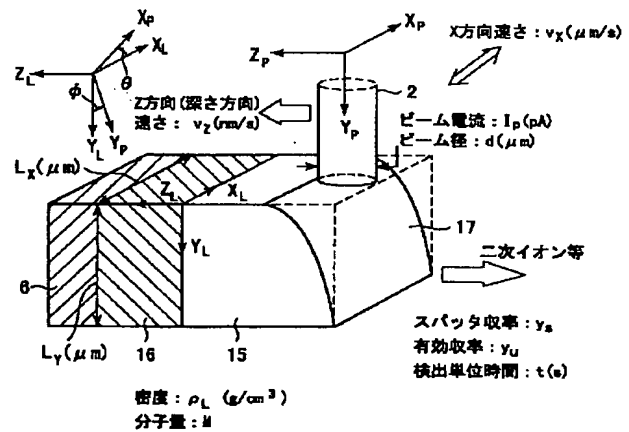
【図2】



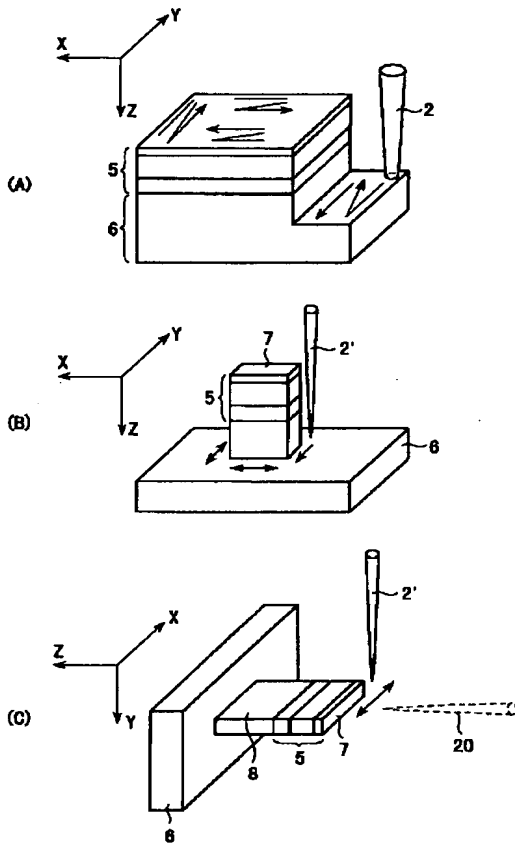
【図4】



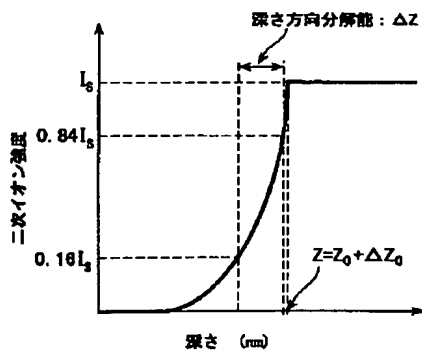
【図5】



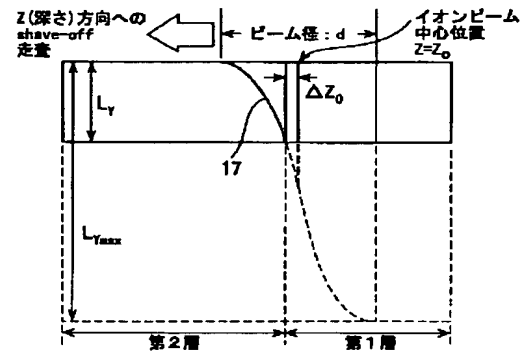
【図3】



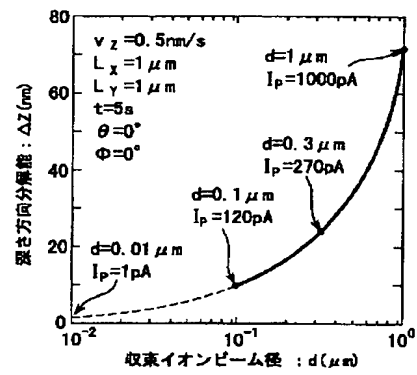
【図7】



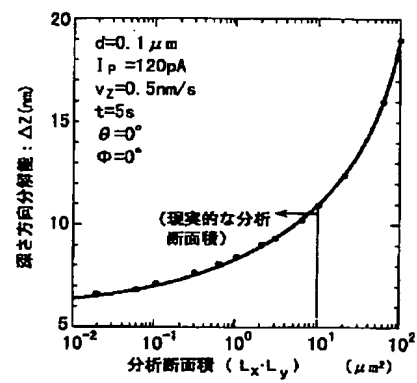
【図6】



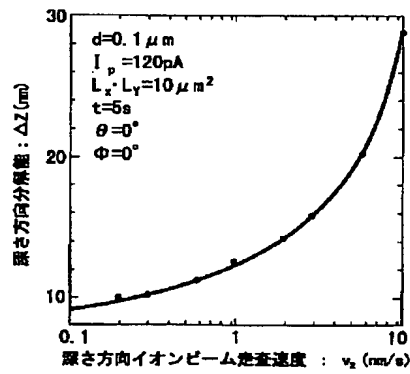
【図9】



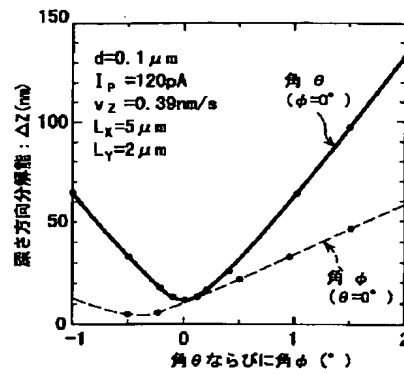
【図8】



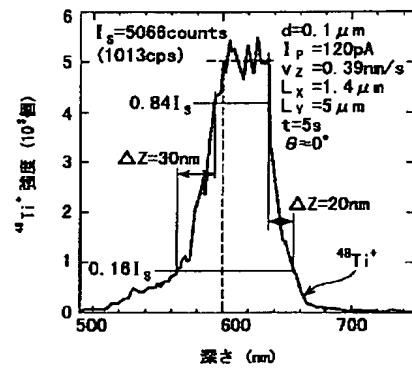
【図10】



【図11】



【図12】



フロントページの続き

Fターム(参考) 2G001 AA03 AA05 BA07 BA08 BA09  
 BA15 CA03 EA04 FA16 GA01  
 GA06 GA08 GA11 GA13 HA01  
 JA02 JA08 KA01 LA11 MA05  
 PA12 RA01 RA03 RA04  
 4M106 AA10 AA11 AA13 BA03 CB21  
 DH01 DH11 DH24 DH25 DH38  
 DH55 DJ04 DJ05  
 5F004 AA16 BA17 BD07 DA00 DB01  
 DB03 DB07 DB08 DB12 DB19  
 EA39